

## **Patent Specification 134 770**

Procedure for manufacturing composition rubber latex with high solid content

By means of the invention-based procedure, composition rubber latex concentrated to contain a solid content of app. 60%, maintaining low viscosity. According to the invention, the latices are concentrated under application of an increased gravitation field by means of an emulsifying process with a surplus of emulsifying means that exceeds the usual optimum amount of emulsifying means.



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK  
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

# PATENTSCHRIFT 134 770

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.<sup>2</sup>

(11) 134 770

(44) 21.03.79

2(51) C 08 C 1/08

(21) WP C 08 C / 203 115

(22) 06.01.78

---

(71) VEB Chemische Werke Buna, Schkopau, DD

(72) Neupert, Hans-Joachim, Dr. Dipl.-Chem.; Müller, Volker, Dr. Dipl.-Chem.; Stodolka, Heinz, Dipl.-Chem.; Neuhaus, Rolf, Dipl.-Chem.; Völz, Lothar, Dr. Dipl.-Chem.; Klodt, Sabina, Dipl.-Chem., DD

(73) siehe (72)

(74) Dr. Harry Schließ, Kombinat VEB Chemische Werke Buna, 4212 Schkopau.

---

(54) Verfahren zur Herstellung synthetischer Kautschuklatices mit hohem Feststoffgehalt

---

(57) Durch das erfindungsgemäße Verfahren können synthetische Kautschuklatices auf einen Feststoffgehalt von etwa 60% konzentriert werden, wobei die Viskositäten niedrig bleiben. Erfindungsgemäß werden die Latices durch Aufrahmung mit einem über dem üblichen Optimum an Aufrahmungsmittel liegenden Überschuß unter Anwendung eines erhöhten Gravitationsfeldes konzentriert.



Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung synthetischer Kautschuklatices mit hohem Feststoffgehalt.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß Naturlatex in großem Umfang durch Zentrifugieren konzentriert wird (Brit. PS 219 635). Für die synthetischen Latices kommt ein Konzentrieren durch Zentrifugieren nicht in Frage, da diese Latices zumeist sehr kleine Teilchen aufweisen. Synthetische Latices lassen sich unter anderem durch Aufrahmen bis zu einem Feststoffgehalt von 50 - 55 % (US-PS 2 354 531; US-PS 2 058 247) konzentrieren. Die zu erreichende Latexkonzentration ist dabei stark von der Teilchengröße abhängig (E. Schmidt; K.H. Helsey; Ind. Eng. Chem. 43, 406 (1951)).

Die Erzielung einer maximalen Latexkonzentration ist von einer bestimmten Menge Aufrahmmittel bezogen auf Latexmasse abhängig. Zu geringe und zu hohe Konzentrationen ergeben einen ungenügenden Konzentrierungseffekt; bei hohen Aufrahmmittelkonzentrationen tritt außerdem eine Verdickung des Latex ein.

In der DL-PS 19 887 ist beschrieben, daß die durch Aufrahmung erreichte Latexkonzentration durch Zentrifugieren um etwa 2 % vergrößert werden kann.

Der Aufrahmprozeß ist sehr zeitaufwendig, und die erreichbare Latexkonzentration entspricht nicht den Anforderungen der Anwender.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, den Feststoffgehalt von synthetischen Latices auf 55 bis 65 % zu erhöhen und dabei die Viskositäten niedrig zu halten.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung synthetischer Kautschuklatices unter Anwendung der Aufrahmmethode zu entwickeln, wobei die obigen Forderungen erfüllt sein sollen.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Aufrahmung mit einem über dem üblichen Optimum an Aufrahmmittel liegenden Aufrahmmittelüberschuß unter Anwendung eines erhöhten Gravitationsfeldes durchgeführt wird.

Die synthetischen Kautschuklatices, die in der erfindungsgemäßen Weise behandelt werden, können Emulsionspolymerisate von konjugierten Dienkohlenwasserstoffen, wie 1,3-Butadien, Isopren, Chloropren und dgl. entweder allein oder im Gemisch miteinander und/oder im Gemisch mit einer oder mehreren monoäthylenischen Verbindungen, wie Styrol, Acrylnitril, Methacrylsäure und dgl. sein.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders für Kautschuklatices mit Butadien-Styrol-Copolymeren geeignet. Die Latices können in den Konzentrationen und mit den Teilchengrößen, wie sie beim Polymerisationsprozeß anfallen, eingesetzt werden.

Als Aufrauhmittel sind Pflanzenschleime, wie Tragant, Agar-Agar, Extrakte aus Irischem Moos, aus Johannisbrotkernen, Natriumalginat und Pektin, Proteinlösungen, wie solche von Casein, Leim, Gelatine, lösliche Zellulosederivate, wie Carboxymethylzellulose und dgl., wasserlösliche Hochpolymere und kolloide Tone einsetzbar.

Technische Einrichtungen zur Erzeugung hoher Gravitationsfelder können erfindungsgemäß diskontinuierlich arbeitende Zentrifugen und bevorzugt kontinuierlich arbeitende Separatoren sein.

Gemäß der Erfindung wird ein entmonomerisierter synthetischer Latex mit einem Aufrauhmittel, vorzugsweise Carboxymethylzellulose, innig vermischt und anschließend im erhöhten Gravitationsfeld konzentriert, oder der mit Aufrauhmittel vermischte synthetische Kautschuklatex wird zunächst im Gravitationsfeld der Erde in dafür üblichen Behältern aufgerahmt und nach Abtrennen des Serums im erhöhten Gravitationsfeld weiter konzentriert.

Der synthetische Kautschuklatex kann auch zunächst mit einer für die Aufrauhung optimalen Aufrauhmittelmenge im Gravitationsfeld der Erde in dafür vorgesehenen Behältern aufgerahmt werden und nach Abtrennen des Serums und einer weiteren Zugabe von Aufrauhmittel zum konzentrierten Latex im erhöhten Gravitationsfeld weiter konzentriert werden. In allen Fällen wird ein synthetischer Kautschuklatex mit einem Feststoffgehalt größer als 60 % erhalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist folgende Vorteile gegenüber dem herkömmlichen Aufrauhprozeß auf: Mit sehr geringem Zeitaufwand wird ein hochkonzentrierter Latex mit niedriger Viskosität erhalten. Dadurch werden die Transportkosten zum Anwender wesentlich herabgesetzt. Die niedrige Serumkonzentration des herkömmlichen Aufrauhverfahrens kann trotz des geringeren Zeitaufwandes beibehalten werden.

Diese Effekte sind für den Fachmann überraschend, denn es war nicht zu erwarten, daß durch Zugabe einer Aufrahmmittelmenge, die über der für die Aufrahmung von synthetischen Latices als optimal anzusehenden liegt, und Erhöhung des Gravitationsfeldes bei der Aufrahmung ein fließfähiger Latex mit einem Feststoffgehalt von über 60 % erhalten wird.

Die Erfindung soll nachstehend an Ausführungsbeispielen erläutert werden.

#### Ausführungsbeispiele

##### Beispiel 1

Für die folgenden Versuche wurde ein Butadien-Styrol-Kautschuklatex, der bei einer Temperatur von 50° C aus 70 Teilen Butadien und 30 Teilen Styrol in Gegenwart eines Mischemulgators aus 3,9 Teilen des Natriumsalzes einer Naphthalinsulfonsäure und 0,9 Teilen des Kaliumsalzes einer Fettsäure polymerisiert wurde, eingesetzt. Der Latex hatte einen Feststoffgehalt von 39 % und einen mittleren Latexteilchendurchmesser von 100 nm.

In den Latex wurden 3,7 g/l Latex Carboxymethylzellulose in Form einer 3,8 %igen wäßrigen Lösung eingebracht. Der so vorbehandelte Latex wurde für die Dauer von einer Stunde in einer Laborzentrifuge einem erhöhten Gravitationsfeld ausgesetzt. Nach der anschließenden Abtrennung des Serums wurde ein synthetischer Kautschuklatex mit einem Feststoffgehalt von 62,1 % erhalten.

##### Beispiel 2

Der im Beispiel 1 charakterisierte Latex wurde mit 3 g/l Latex Carboxymethylzellulose in Form einer 3,8 %igen wäßrigen Lösung intensiv vermischt. Der so vorbehandelte Latex wurde in zylindrische Gefäße gefüllt und 24 Std. dem Gravitationsfeld der Erde ausgesetzt.

Nach Abtrennen des Serums wurde ein synthetischer Kautschuklatex mit einem Feststoffgehalt von 53,9 % erhalten. Dieser konzentrierte Kautschuklatex wurde anschließend mit weiteren 0,9 g/l Latex Carboxymethylzellulose verrührt und in einer Laborzentrifuge wie in Beispiel 1 behandelt. Nach Abtrennen des Serums wurde ein synthetischer Kautschuklatex mit einem Feststoffgehalt von 61,5 % erhalten.

### Beispiel 3

Der im Beispiel 1 und 2 eingesetzte Latex wurde mit 3,7 g/l Latex Carboxymethylzellulose in Form einer 3,8 %igen wäßrigen Lösung innig vermischt und 24 Stunden dem Gravitationsfeld der Erde ausgesetzt. Nach Abtrennen des Serums wurde ein synthetischer Kautschuklatex mit einem Feststoffgehalt von nur 48 % erhalten. Dieser konzentrierte Kautschuklatex wurde anschließend in einer Laborzentrifuge wie in Beispiel 1 behandelt. Nach Abtrennen des Serums wurde ein synthetischer Kautschuklatex mit einem Feststoffgehalt von 62 % erhalten.

Alle Versuchsergebnisse sind in der Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1

Latex- ausgangs- konz. (Gew.-%)	Aufrahm- mittel (g/l Latex)	Latex- konz.nach der Auf- rahmung (Gew.-%)	Nach der Auf- rahmung zuge- gebene Auf- rahmmittel- menge (g/l Latex)	Latexkonz. nach dem Zentrifu- gieren (Gew.-%)
39	-	39	-	39
39	3,7	-	-	62,1
39	3,7	48	-	61,8
39	3	53,9	-	56
39	3	53,9	0,9	61,5